

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-082346

(43)Date of publication of application : 13.04.1988

(51)Int.Cl.

G01N 21/27

(21)Application number : 61-228573

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing :

26.09.1986

(72)Inventor : TAJIMA TAKAHIRO

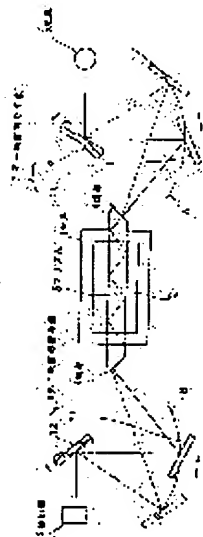
(54) SOLUTION SAMPLE MEASURING APPARATUS

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a spectrum with such a large intensity of solute substance as to be free from effect of a solvent, by providing a means to vary the angle of incidence and the angle of emission of infrared rays.

CONSTITUTION: A prism 3 is inserted through a cell 1 having a section 2 to be filled with a sample solution inside and both ends 4 thereof is made to stick out of the cell 1. Infrared rays from a light source 5 are sent to a prism 3 via reflecting mirrors 9 and 10. The mirror 9 is made rotatable and the mirror 10 moves along an orbit A in linkage therewith 9. Likewise, mirrors 11 and 12 run in linkage and the mirror 11 moves on an orbit B. As the mirrors 9, 10, 11 and 12 are moved turning gradually to the position as indicated by the solid line from the state

as indicated by the dotted line, the angle of incidence to the prism 3 reduces to enhance the intensity of a spectrum. As a solvent spectrum reaches a stage of coinciding with a solvent spectrum in a sample solution spectrum, the solvent spectrum is subtracted from the sample solution spectrum to obtain a spectrum with a sufficiently large intensity of a solute to free from effect of the solvent for analytic measurement. Thus, a spectrum with a large intensity can be obtained by varying the angle of incidence and the angle of emission of infrared rays.



LEGAL STATUS

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-82346

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)4月13日

G 01 N 21/27

C-7458-2G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 溶液試料測定装置

⑯ 特 願 昭61-228573

⑰ 出 願 昭61(1986)9月26日

⑱ 発 明 者 田 島 孝 博 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三条工場内

⑲ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

⑳ 代 理 人 弁理士 岡田 和秀

明 細 書

1、発明の名称

溶液試料測定装置

2、特許請求の範囲

(1)セル内に内面多重反射を行うプリズムを挿通し、前記セル内に溶液試料を充たした状態として、前記プリズムの前記セルより露呈する一端部から光源からの赤外線を入射し、前記プリズムの内面で反射を繰り返して前記セルより露呈する前記プリズムの他端部から出る前記赤外線を、検出器に導いて溶液試料の測定を行う溶液試料測定装置において、

前記光源と前記プリズムの一端部間に、前記光源からの赤外線の前記プリズムの一端部への入射角度を可変とする第一角度可変手段と、前記プリズムの他端部と前記検出器間に、前記プリズムの他端部から出る赤外線を、前記第一角度可変手段の動作に対応して前記検出器に導く第二角度可変手段とを備えることを特徴とする溶液試料測定装置。

3、発明の詳細な説明

(イ)産業上の利用分野

本発明は、溶液試料測定装置に係り、特に、セル内に内面反射を行うプリズムを挿通し、前記セル内に溶液試料を充たした状態として、前記プリズムの前記セルより露呈する一端部から光源からの赤外線を入射し、前記プリズムの内面で反射を繰り返して前記セルから露呈する前記プリズムの他端部から出る前記赤外線を検出器に導いて溶液試料の測定を行う溶液試料測定装置に関する。

(ロ)従来技術とその問題点

従来のこの種の溶液試料測定装置による測定は下記のようにして行っている。

まず、一方で、溶媒をセル内に充たしプリズムに赤外線光を入射して反射通過させ、その赤外線光を検出器で検出して溶媒の赤外線スペクトルを得、他方で、溶媒と測定対象である溶質との混合試料溶液をセル内に充たしプリズムに赤外線光を入射して反射通過させ、その赤外線光を検出器で検出してその試料溶液の赤外線スペクトルを得、

試料溶液の赤外線スペクトルから溶媒の赤外線スペクトルを差し引き、溶質となった物質の赤外線スペクトルを得ている。

しかしながら、このような従来例の場合では、溶質物質の赤外線スペクトルとして、溶媒スペクトルの影響が無く、かつ、分析測定のためにスペクトルの強度が十分に大きいものを得ることは困難であった。

その理由について以下詳述する。

得られる赤外線スペクトルの強度は、第3図に示すように、プリズム101内から溶液102内への侵入距離(赤外線の溶媒への吸収強度に相当) a に左右され、この侵入距離 a は溶液への入射角度 b により決まる。そしてその入射角度 b は、光源からのプリズム101への入射角度によって決まるが、従来品ではこの入射角度は固定であるので、入射角度 b 、さらには侵入距離 a が固定となっていた。赤外線スペクトルの強度と入射角度 b との相対関係は、図に示すように、入射角度 b が大となると侵入距離 a は小さくなり、スペクトルの強

度が一定で、それ故にスペクトルの強度も一定であるので、プリズムへの入射角度が小でスペクトル強度が大である場合は溶媒の影響の無い溶媒物質のスペクトルが得られず、逆に、プリズムへの入射角度が大でスペクトル強度が小である場合は十分な分析測定が行えなかった。

本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであって、溶液試料測定装置において、溶質物質の赤外線スペクトルとして、溶媒スペクトルの影響が無く、かつ、分析測定のために十分に強度の大きいものを得ることができるようになることを目的とする。

(ハ)問題点を解決するための手段

本発明は、このような目的を達成するために、冒頭に記載した溶液試料測定装置において、前記光源と前記プリズムの一端部間に、前記光源からの赤外線の前記プリズムの一端部への入射角度を可変とする第一角度可変手段と、前記プリズムの他端部と前記検出器間に、前記プリズムの他端部から出る赤外線を、前記第一角度可変手段の動作

度は小となり、逆に、入射角度 b が小となると侵入距離 a は大きくなり、スペクトルの強度は大となるようになっている。

一方上記したように、試料溶液の赤外線スペクトルから溶媒の赤外線スペクトルを差し引き、溶質となった物質の赤外線スペクトルを得る場合、スペクトルの強度を大とすると、試料溶液の赤外線スペクトル中の溶媒の影響による赤外線スペクトルと溶媒のみの赤外線スペクトルとの一致が困難となり、その状態において差し引いて溶質物質の赤外線スペクトルを得ると、その赤外線スペクトルは溶媒の影響が残ったものになってしまう。これに対して、スペクトルの強度を小とすれば、試料溶液の赤外線スペクトル中の溶媒の影響による赤外線スペクトルと溶媒のみの赤外線スペクトルとの一致が容易になり、従って溶質物質のスペクトルも溶媒の影響の少ない正確なものが得られるが、そのスペクトルは強度が小さいので、分析測定を行うには十分なものではなかった。

即ち、従来品においては、プリズムへの入射角

に対応して前記検出器に導く第二角度可変手段とを備える構成とした。

(ニ)作用

本発明は、上記構成により、第一と第二角度可変手段を動作して、溶媒と溶質の混合試料溶液における溶媒のスペクトルと、溶媒のみにおける溶媒のスペクトルとを、スペクトル強度が大きい段階で一致できる。

(ホ)実施例

以下、本発明を図面に示す実施例に基づいて詳細に説明する。第1図は、本発明の実施例に係る溶液試料測定装置の全体平面構成図、第2図はセルの斜視図である。

図において、1がセルであり、内部に試料溶液の充填部2を備え、このセル1を挿通するようにゲルマニウム等からなるプリズム3が取り付けられている。プリズム3の両端部4、4は、セル1から突出するように位置している。5は、グローバー等からなる光源であり、6は熱電対等からなる検出器である。

そして、光源5とプリズム3間に第一角度可変手段7が設けられ、プリズム3と検出器6間に第二角度可変手段8が設けられている。

第一角度可変手段7は、光源5からの赤外線を反射する第一前部反射鏡9と、第一前部反射鏡9からの赤外線を反射してプリズム3に送る第一後部反射鏡10とからなっている。そして、第一前部反射鏡9はその中央部を軸芯位置として回転可能に設けられ、第一後部反射鏡10は第一前部反射鏡9に連動して軌道Aに沿って、例えばレール上を移動するように設けられている。このようにして、第一前部反射鏡9が、所定角度内における異なる回転位置で反射する赤外線を、第一後部反射鏡10は適宜の移動位置で反射してプリズム3に送るように構成されている。

これに対し、第二角度可変手段8は、プリズム3からの赤外線を反射する第二前部反射鏡11と、第二前部反射鏡11からの赤外線を反射して検出器6に送る第二後部反射鏡12とからなっている。そして、第二前部反射鏡11は、軌道Bに沿って、

例えばレール上を移動するように設けられ、第二後部反射鏡12は第二前部反射鏡11に連動してその中央部を軸芯位置として回転可能に設けられている。このようにして、プリズム3から所定角度内において異なる角度で送り出される赤外線を、第二前部反射鏡11は適宜の移動位置で反射し、この反射された赤外線を第二後部反射鏡12が適宜の回転位置で反射して検出器6に送るように構成されている。

次に、この実施例の作用について説明する。

まずスペクトルの強度を小とする場合は、図面において第一と第二前部反射鏡9、11及び第一と第二の後部反射鏡10、12それぞれを点線で示す状態とする。即ちこの状態は、第一後部反射鏡10からのプリズム3への入射角度が大きく、プリズム3から試料溶液への入射角度も大きく、試料溶液内への赤外線の侵入距離が小さい状態である。この状態から反射鏡9、10、11、12それぞれを実線位置となるように、矢印方向へ徐々に回転及び移動させることにより、プリズム3へ

の入射角度が小さくなってスペクトルの強度は大きくなっていく。

上記の操作の間に、試料溶液のスペクトルと溶媒のスペクトルとを比較して、スペクトルが十分大きく、しかも、溶媒スペクトルと試料溶液スペクトル中の溶媒スペクトルとが一致する段階で、試料溶液のスペクトルから溶媒のスペクトルを差し引くことにより、分析測定のために十分大きく、しかも溶媒の影響のない溶質のスペクトルが得られる。

上記第一角度可変手段7における第一前部反射鏡9と第一後部反射鏡10の連動及び第二角度可変手段における第二前部反射鏡11と第二後部反射鏡12の連動は、例えば、リンク機構により行い、駆動源としては小形モータを用いる。そしてその小形モータそれぞれを連動制御する構成とする。

また、第一角度可変手段7と第二角度可変手段8の角度変化は、段階的に行うようにすることもできる。

(ヘ)効果

以上のように、本発明によれば、第一と第二角度可変手段を動作して、溶媒と溶質の混合試料溶液における溶媒のスペクトルと、溶媒のみにおける溶媒のスペクトルとを、スペクトル強度が大きい段階で一致でき、従って、一致した段階において試料溶液のスペクトルから溶媒のスペクトルを差し引き、溶媒の影響がなく、強度が十分に大きい溶質物質のスペクトルを得ることができるようになった。

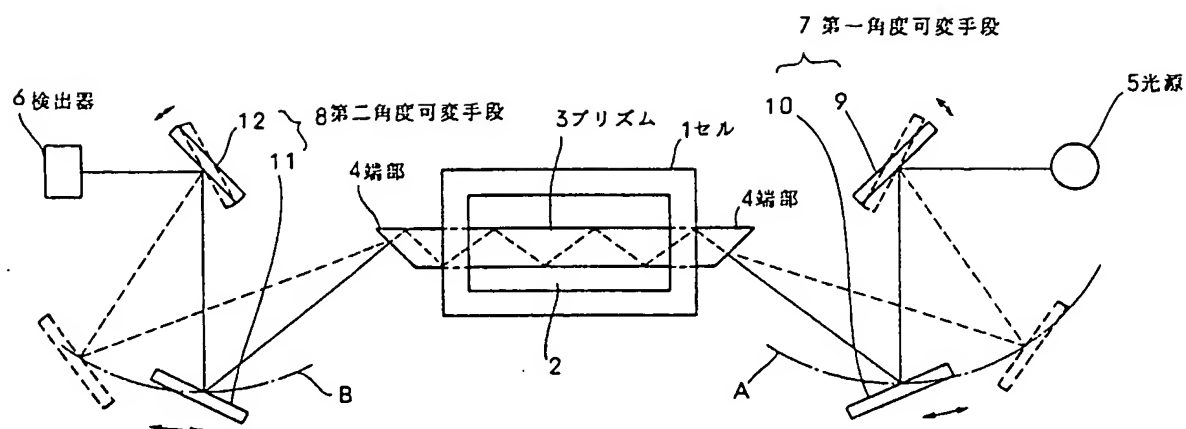
4、図面の簡単な説明

第1図は、本発明の実施例の全体平面構成図、第2図は、セルの実施例斜視図、第3図は、プリズムから溶液への赤外線の侵入動作説明図である。1はセル、3はプリズム、4、4は端部、5は光源、6は検出器、7は第一角度可変手段、8は第二角度可変手段。

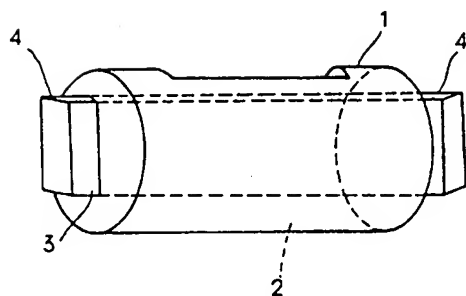
出願人 株式会社 島津製作所

代理人 弁理士 岡田和秀

第 1 図



第 2 図



第 3 図

